

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2005 年 9 月 1 日 (01.09.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/080647 A1

- (51) 国際特許分類: C30B 15/20
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/002628
- (22) 国際出願日: 2005 年 2 月 18 日 (18.02.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-043218 2004 年 2 月 19 日 (19.02.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): コマツ
電子金属株式会社 (KOMATSU DENSHI KINZOKU

KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 Kanagawa (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 稲垣 宏 (INAGAKI, Hiroshi) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 本間 雅規 (HONMA, Masanori) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 川島 茂樹 (KAWASHIMA, Shigeki) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP). 柴田 昌弘 (SHIBATA, Masahiro) [JP/JP]; 〒2540014 神奈川県平塚市四之宮 3 丁目 2 5 番 1 号 コマツ電子金属株式会社内 Kanagawa (JP).

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING SINGLE CRYSTAL SEMICONDUCTOR

(54) 発明の名称: 単結晶半導体の製造方法

| A | 10秒間の速度変動幅 ΔV (mm/min) | 不純物濃度ムラ (ストリエーション) | B |
|---|-----------------------------------|-----------------------|---|
| | 0.011 | 無し | C |
| | 0.015 | 無し | D |
| | 0.020 | 無し | E |
| | 0.025 | 有り | F |
| | 0.030 | 有り | G |
| | 0.033 | 有り | H |

- A VELOCITY FLUCTUATION RANGE IN 10SEC. ΔV (mm/min)
- B IMPURITY CONCENTRATION NONUNIFORMITY (STRIATION)
- C NON
- D NON
- E NON
- F EXISTS
- G EXISTS
- H EXISTS

(57) Abstract: In a method of manufacturing a single crystal semiconductor, impurity concentration nonuniformity within a semiconductor wafer plane is reduced, by taking impurities more uniformly in the single crystal semiconductor, in a process of growing the single crystal semiconductor by pulling it up from a melt, and thus, planarity of the wafer is improved. In the process of pulling up the single crystal semiconductor (6), the impurity concentration nonuniformity within the single crystal semiconductor (6) is reduced by suppressing the fluctuation of a pulling up velocity. Especially, a velocity fluctuation range (V) in 10 seconds is adjusted smaller than 0.025mm/min. Furthermore, at the time of adjusting the pulling up velocity so as to make the diameter of the single crystal semiconductor (6) as desired, a magnetic field having a strength of 1,500 gauss or more is applied to the melt (5).

(57) 要約: 融液から単結晶半導体を引上げ成長させる過程で、単結晶半導体に不純物が、より均一に取り込まれるようにすることで、半導体ウェーハの面内での不純物濃度ムラを小さくさせ、もってウェーハの平坦度を向上させることを目的とする単結晶半導体の製造方法であり、単結晶半導体(6)を引き上げる過程で、引上げ速度の変動を抑制することにより、単結晶半導体(6)内の不純物の濃度ムラを小さくする。特に、引上げ速度の10秒間の速度変動幅(ΔV)を0.025mm/min未満に調整する。更には、単結晶半導体(6)の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液(5)に1500ガウス以上の強度の磁場を印加する。

WO 2005/080647 A1



(74) 代理人: 木村 高久, 外(KIMURA, Takahisa et al.); 〒1040043 東京都中央区湊 1 丁目 8 番 1 1 号 千代ビル 6 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 *PCT* ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

単結晶半導体の製造方法

技術分野

- [0001] 本発明は、CZ法(チョクラルスキー法)を用いて単結晶シリコンなどの単結晶半導体を製造する製造方法に関し、平坦度の高い半導体ウェーハを取得できるように単結晶半導体を製造する方法に関するものである。

背景技術

- [0002] 単結晶シリコンの製造方法の1つにCZ法がある。
- [0003] CZ法で成長させて引き上げられた単結晶シリコン(インゴット)は、スライスされ、研磨され、エッチングされて、半導体デバイス製造用のシリコンウェーハとして提供される。
- [0004] すなわち、融液には、シリコンウェーハが所望の抵抗率を得るためにボロンB等の不純物が添加された上で、単結晶シリコンを融液から引上げ成長される。
- [0005] ここで、単結晶シリコンを引上げ成長させる過程で、不純物は、均一に取り込まれるわけではない。このため、引上げ成長させた単結晶シリコン(インゴット)から取得されたシリコンウェーハを、縦方向(ウェーハ面に対して垂直)に切ったとき、不純物の濃度ムラに応じた成長縞が観察され、ウェーハ面内では、リング状の不純物濃度ムラが観察される。
- [0006] 一方、近年、半導体デバイスの種類によっては、シリコンウェーハの表面の平坦度に高いスペックのものが要求されている。
- [0007] 本発明に関連する従来技術として、下記特許文献1がある。
- [0008] この特許文献1には、石英るつぼから融液を介して単結晶シリコンに取り込まれる酸素に着目し、シリコンウェーハの面内の現れる酸素濃度ムラを小さくさせる発明が記載されている。その手法は、ヒータのスリットのオーバーラップ長さ h と、ヒータの内径 d との比率 h/d を0.70以下にすることによって、シリコンウェーハの面内の酸素濃度ムラを小さくさせるというものである。

特許文献1:特開平11-116390号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0009] 本発明者は、シリコンウェーハ面内の不純物の濃度ムラは、硬さのムラとなって現れ、これがウェーハの平坦度に影響を及ぼすという新たな知見を発見するに至った。特に不純物を高濃度に添加した場合には、硬さのムラが生じやすい。
- [0010] すなわち、不純物が添加されると、結晶硬化効果が生じる。このためシリコンウェーハ面内では不純物濃度ムラは硬さのムラとして顕在化し、研磨工程で研磨すると、ウェーハ面内各部での硬さの違いによって微小な凹凸が生じる。同様に、エッチング工程でエッチングを行うと、濃度ムラにより微小な凹凸が生じる。このように形成された微小な凹凸は、平坦度を劣化させる原因となる。
- [0011] 本発明は、こうした実状に鑑みてなされたものであり、融液から単結晶半導体を引上げ成長させる過程で、単結晶半導体に不純物が、より均一に取り込まれるようにすることで、半導体ウェーハ面内での不純物濃度ムラを小さくさせ、もってウェーハの平坦度を向上させることを、解決課題とするものである。
- [0012] なお、上記特許文献1に記載された発明は、石英るつぼから融液を介して単結晶半導体に取り込まれる酸素を対象とし、ウェーハ面内酸素濃度ムラを小さくさせる発明であり、融液から単結晶半導体に取り込まれる不純物(ボロン等)を対象とし、ウェーハ面内での不純物濃度ムラを小さくさせる本発明とは、異なるものである。

課題を解決するための手段

- [0013] 第1発明は、
種結晶をるつぼ内の融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより、不純物が添加された単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、
単結晶半導体を引き上げる過程で、引上げ速度の変動を抑制することにより、単結晶半導体内の不純物の濃度ムラを小さくすること
を特徴とする。
- [0014] 第2発明は、種結晶をるつぼ内の融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより、不純物が添加された単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、

単結晶半導体を引き上げる過程で、引上げ速度の10秒間の速度変動幅を0.025 mm/min未満に調整すること

を特徴とする。

[0015] 第3発明は、第1発明において、

単結晶半導体の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液に1500ガウス以上の強度の磁場を印加すること

を特徴とする。

[0016] 第4発明は、第2発明において、

単結晶半導体の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液に1500ガウス以上の強度の磁場を印加すること

を特徴とする。

[0017] 第5発明は、第1発明～第4発明において、

単結晶半導体に添加される不純物は、ボロンBまたはガリウムGaであり、不純物濃度は、 8.0×10^{17} atoms/cc以上であること

を特徴とする。

[0018] 第6発明は、第1発明～第4発明において、

単結晶半導体に添加される不純物は、リンPまたはアンチモンSbまたは砒素Asであり、不純物濃度は、 5.0×10^{17} atoms/cc以上であること

を特徴とする。

[0019] 本発明者は、ウェーハ面に対して垂直に切断したときの成長縞の間隔が不均一で、ウェーハ面内でリング状の不純物濃度ムラがあるのは、つぎの原因であると考えた。

[0020] 1) 単結晶シリコン6の引上げ時に、融液5の対流に不均一な流れが形成され、融液5から単結晶シリコン6に取り込まれる不純物濃度が変化する。

[0021] 2) 単結晶シリコン6が成長する間に単結晶シリコン6が回転することにより温度差が生じてリメルト(一旦固まった結晶が液状に戻る)が発生し、それによって融液5から単結晶シリコン6に取り込まれる不純物濃度が変化する。

[0022] 3) 単結晶シリコン6と融液5との接合部である成長界面(固液界面)の勾配がきつく、このためウェーハ縦断面で見たとき多くの成長界面を横切った成長縞(不純物濃度

のムラがある)が観察される。

[0023] そこで、本発明者は、ウェーハ面に対して垂直に切断したときの成長縞の間隔を均一に(かつ成長縞を緻密かつ薄く)し、ウェーハ面内でのリング状の不純物濃度ムラを小さく(無くす)には、つぎの点が重要であると考えた。

[0024] 4) 引き上げ速度の変動を抑制して、リメルトを回避する。

[0025] そして、上記仮定のもとに実験を行ったところ、図3に示す結果が得られ、上記仮定が正しいことが証明された。

[0026] すなわち、第1発明によれば、単結晶半導体6を引き上げる過程で、引上げ速度の変動を抑制することにより、単結晶半導体6内の不純物の濃度ムラを小さくすることができた。

[0027] 第2発明によれば、単結晶半導体6を引き上げる過程で、引上げ速度の10秒間の速度変動幅 ΔV を0.025mm/min未満に調整することにより、単結晶半導体6内の不純物の濃度ムラを小さくすることができた(図3参照)。

[0028] を特徴とする。

[0029] 更には、単結晶半導体6の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液5に1500ガウス以上の強度の磁場を印加することが、引上げ速度の変動の抑制に有効である(第3発明、第4発明)。すなわち、磁場が1500ガウス以上印加されることで、融液5の対流が抑制され、これにより融液5の温度変動、特に成長界面(固液界面)での温度変動が抑制され、制御時に引上げ速度の増減量が小さくなり、引上げ速度の変動を抑制することができた。

[0030] 本発明によれば、不純物濃度ムラが小さくなるため、半導体ウェーハ面内での硬さのムラは小さくなり、研磨あるいはエッチング加工を施した場合、濃度ムラによる微小な凹凸は発生しなくなり(少なくなり)、加工後の平坦度が従来よりも向上する。

[0031] 不純物濃度ムラが平坦度に影響を及ぼすのは、不純物が結晶硬化効果を得る程度の高濃度に添加されているからであると考えられる。

[0032] このため、不純物がボロンB、ガリウムGaの場合には、 $8.0 \times 10^{17} \text{atoms/cc}$ 以上の濃度を添加すると、本発明の効果が特に高められる(第5発明)。

[0033] また、不純物がリンP、アンチモンSb、砒素Asである場合には、 $5.0 \times 10^{17} \text{atoms/cc}$

以上の濃度を添加すると、本発明の効果が特に高められる(第6発明)。

[0034] しかし、本発明によれば、不純物濃度の大きさ如何によらずに、引上げ速度の変動を抑制することで、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを小さくできるという効果が得られるため、第5発明、第6発明に示す高濃度に限定されることなく、実施することができる。

[0035] また、本発明は、ガリウム砒素などのシリコン以外の単結晶半導体の引上げにも適用することが可能である。

図面の簡単な説明

[0036] [図1]図1は実施形態の単結晶引上げ装置を示す図である。

[図2]図2は実施形態の制御内容を示すフローチャートである。

[図3]図3は引上げ速度変動幅を変えて単結晶シリコンを引き上げて、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを評価した実験結果を示した表である。

[図4]図4は、横軸を時間とし、縦軸を過去10秒間の引上げ速度変動幅として、速度変動プロファイルを示したグラフであり、最高値が0.033mm/minとなっている速度変動プロファイルを示した図である。。

[図5]図5は、横軸を時間とし、縦軸を過去10秒間の引上げ速度変動幅として、速度変動プロファイルを示したグラフであり、最高値が0.011mm/minとなっている速度変動プロファイルを示した図である。

[図6]図6(a)、(b)は、引上げ速度変動幅が、0.033mm/min、0.011mm/minそれぞれの場合について、ウェーハ縦断面の成長縞の写真を示した図である。

発明を実施するための最良の形態

[0037] 以下図面を参照して実施形態の装置について説明する。

[0038] 図1は実施形態の構成を側面からみた図である。

[0039] 同図1に示すように、実施形態の単結晶引上げ装置1は、単結晶引上げ用容器としてのCZ炉(チャンバ)2を備えている。図1の単結晶引上げ装置1は、たとえば直径200mm〜300mmの単結晶シリコンインゴット6を製造するに好適な装置である。

[0040] CZ炉2内には、多結晶シリコンの原料を溶融して融液5として収容する石英るつぼ3が設けられている。なお、直径300mmの単結晶シリコンを引き上げるためには、30

0kg程度の多結晶シリコンが石英るつぼ3内にチャージされる。石英るつぼ3は、その外側が黒鉛るつぼ11によって覆われている。石英るつぼ3の外側にあつて側方には、石英るつぼ3内の多結晶シリコン原料を加熱して熔融する、円筒形状のヒータ9が設けられている。ヒータ9の出力(パワー;kW)は制御され、融液5に対する加熱量が調整される。たとえば、融液5の温度が検出され、検出温度をフィードバック量とし融液5の温度が目標温度になるように、ヒータ9の出力が制御される。

[0041] なお実施形態ではヒータ9によって融液5を外部より加熱しているが、加熱手段としてはヒータに限定されるものではなく、いかなる加熱手段を使用してもよい。たとえば電磁加熱による方法、レーザ照射による加熱を採用してもよい。

[0042] ヒータ9とCZ炉2の内壁との間には、保温筒13が設けられている。

[0043] 石英るつぼ3の上方には、引上げ機構40が設けられている。引上げ機構40は、引上げ軸41と引上げ軸41の先端のシードチャック42を含む。シードチャック42によって種結晶14が把持される。ここで、引上げ軸41は、ワイヤであり引上げ軸としてのワイヤ41は、巻き取りドラム43によって巻き取られる。巻き取りドラム43は、モータ44によって回転される。モータ44には、同モータ44にかかる負荷を検出することにより、引き上げられる単結晶シリコン6の重量(結晶重量)を検出するロードセル45が付設されている。制御盤50は、ロードセル44の検出値をフィードバック量として取り込み、後述する図2で示す内容のフィードバック制御を実行し、モータ44に対して駆動指令を出力する。

[0044] なお図1では、引上げ軸41をワイヤで構成しているが、シャフトで構成してもよい。

[0045] 石英るつぼ3内で多結晶シリコン(Si)が加熱され熔融される。融液5の温度が安定化すると、引上げ機構40が動作し融液5から単結晶シリコン6(単結晶シリコンインゴット)が引き上げられる。すなわち引上げ軸41が降下され引上げ軸41の先端のシードチャック42に把持された種結晶14が融液5に浸漬される。種結晶14を融液5になじませた後引上げ軸41が上昇する。シードチャック42に把持された種結晶14が上昇するに応じて単結晶シリコンが成長する。引上げの際、石英るつぼ3は回転軸10によって回転速度 ω_1 (例えば0.1〜0.2rpm)で回転する。また引上げ機構40の引上げ軸41は回転軸10と同方向に回転速度 ω_2 で回転する。

- [0046] また回転軸10は鉛直方向に駆動することができ、石英るつぼ3を上下動させ任意の位置に移動させることができる。
- [0047] CZ炉2内と外気を遮断することで炉2内は真空(たとえば20Torr程度)に維持される。すなわちCZ炉2には不活性ガスとしてのアルゴンガス7が供給され、CZ炉2の排気口からポンプによって排気される。これにより炉2内は所定の圧力に減圧される。
- [0048] 単結晶引き上げのプロセス(1バッチ)の間で、CZ炉2内には種々の蒸発物が発生する。そこでCZ炉2にアルゴンガス7を供給してCZ炉2外に蒸発物とともに排気してCZ炉2内から蒸発物を除去しクリーンにしている。アルゴンガス7の供給流量は1バッチ中の各工程ごとに設定する。
- [0049] 単結晶シリコン6の引き上げに伴い融液5が減少する。融液5の減少に伴い融液5と石英るつぼ3との接触面積が変化し石英るつぼ3からの酸素溶解量が変化する。この変化が、引き上げられる単結晶シリコン6中の酸素濃度分布に影響を与える。そこで、これを防止するために、融液5が減少した石英るつぼ3内に多結晶シリコン原料または単結晶シリコン原料を引き上げ後あるいは引き上げ中に追加供給してもよい。
- [0050] 石英るつぼ3の上方にあつて、単結晶シリコン6の周囲には、略逆円錐台形状の熱遮蔽板8(ガス整流筒、輻射シールド)が設けられている。熱遮蔽板8は、保温筒13に支持されている。熱遮蔽板8は、CZ炉2内に上方より供給されるキャリアガスとしてのアルゴンガス7を、融液表面5aの中央に導き、さらに融液表面5aを通過させて融液表面5aの周縁部に導く。そして、アルゴンガス7は、融液5から蒸発したガスとともに、CZ炉2の下部に設けた排気口から排出される。このため液面上のガス流速を安定化することができ、融液5から蒸発する酸素を安定な状態に保つことができる。
- [0051] また輻射シールドとしての熱遮蔽板8は、種結晶14および種結晶14により成長される単結晶シリコン6を、石英るつぼ3、融液5、ヒータ9などの高温部で発生する輻射熱から、断熱、遮蔽する。また熱遮蔽板8は、単結晶シリコンに、炉内で発生した不純物(たとえばシリコン酸化物)等が付着して、単結晶育成を阻害することを防止する。熱遮蔽板8の下端と融液表面5aとの間隙のギャップGの大きさは、回転軸10を上昇下降させ、石英るつぼ3の上下方向位置を変化させることで調整することができる。また熱遮蔽板8を昇降装置により上下方向に移動させてギャップGを調整してもよい。

- [0052] CZ炉2の外側にあつて周囲には、石英るつぼ3内の融液5に磁場(横磁場)を印加する磁石20が設けられている。
- [0053] 図2は、制御盤50で行われるフィードバック制御の内容をフローチャートで示している。
- [0054] 同図2に示すように、制御盤50では、重量式直径制御方式による制御が行われる。
- [0055] すなわち、まず、ロードセル45でモータ44の現在の負荷、つまり現在の結晶重量が計測され、制御盤50に取り込まれる(ステップ101)。
- [0056] つぎに、制御盤50に取り込まれた現在の結晶重量(ロードセルの45の検出値)が、現在の単結晶シリコンインゴット6の直径(結晶直径)に換算される(ステップ102)。
- [0057] 制御盤50では、単結晶シリコンインゴット6の直径の所望値(直胴部各部で一定値)が設定されており、この所望値と現在の結晶直径との偏差が演算される(ステップ103)。
- [0058] つぎに、演算された偏差を零にするための指令値、つまり現在の引上げ速度に対する引上げ速度増減量が演算されて、この演算された引上げ速度増減量に対応する電流値がモータ44に対して出力される(ステップ104)。
- [0059] モータ44は、加えられた電流に応じて駆動され、これにより引上げ軸41の速度、つまり単結晶シリコン6の引上げ速度が増減される(ステップ105)。
- [0060] 以上のような制御が行われ、単結晶シリコンインゴット6の結晶直径は、所望値に保持され、直胴部各部で一定となる。なお、実施例では、重量式直径制御方式による制御を行う場合について説明したが、光学式による方法、つまり引上げ中の単結晶シリコン6の直径を光学的に計測し、この計測したデータに基づき同様に直径が目標値になるように制御する方法により行ってもよい。
- [0061] 本発明者は、ウェーハ面に対して垂直に切断したときの成長縞の間隔が不均一で、ウェーハ面内でのリング状の不純物濃度ムラがあるのは、つぎの原因であると考えた。
- [0062] 1) 単結晶シリコン6の引上げ時に、融液5の対流に不均一な流れが形成され、融液5から単結晶シリコン6に取り込まれる不純物濃度が変化する。
- [0063] 2) 単結晶シリコン6が成長する間に単結晶シリコン6が回転することにより温度差が生

じてリメルト(一旦固まった結晶が液状に戻る)が発生し、それによって融液5から単結晶シリコン6に取り込まれる不純物濃度が変化する。

[0064] 3) 単結晶シリコン6と融液5との接合部である成長界面(固液界面)の勾配がきつく、このためウェーハ縦断面で見たとき多くの成長界面を横切った成長縞(不純物濃度のムラがある)が観測される。

[0065] そこで、本発明者は、ウェーハ面に対して垂直に切断したときの成長縞の間隔を均一に(かつ成長縞を緻密かつ薄く)し、ウェーハ面内でのリング状の不純物濃度ムラを小さく(無くす)には、つぎの点が重要であると考えた。

[0066] 4) 引き上げ速度の変動を抑制して、リメルトを回避する。

[0067] そして、上記仮定のもとに実験を行ったところ、図3に示す結果が得られ、上記仮定が正しいことが証明された。実験では、結晶直径(単結晶シリコンインゴット6の直胴部の直径)を300mmにして行った。また、不純物についてはボロンBを用いて 1×10^{18} atoms/cc〜 1×10^{19} atoms/ccの範囲の濃度が単結晶シリコン6に取り込まれるように調整した。

[0068] 図3は、引上げ速度の10秒間の引上げ速度変動幅 ΔV を、0.011mm/minから0.033mm/minの範囲で種々変えたときの不純物濃度ムラ(ストリーション)の有り、無しの評価を示している。単結晶シリコンインゴット6をスライスして得られたシリコンウェーハについて、たとえばX線トポグラフ法による計測によって、ウェーハ面内での不純物濃度ムラ(ウェーハ縦断面での成長縞)を評価した。たとえば図3において、引上げ速度変動幅 ΔV が0.020mm/minのときのシリコンインゴット部位から切り出されたシリコンウェーハについては、「不純物濃度ムラは無し」と評価されたが、引上げ速度変動幅 ΔV が0.025mm/minのときのシリコンインゴット部位から切り出されたシリコンウェーハについては、「不純物濃度ムラ有り」と評価された。

[0069] また、1本の単結晶シリコンインゴット6を成長させる過程で、引上げ速度変動幅 ΔV を各部位で変えて行った実験結果を図4、図5に示す。

[0070] 図4、図5は、横軸を時間(sec)とし、縦軸を、過去10秒間の速度変動幅 ΔV (mm/min)として、速度変動プロファイルを示している。

[0071] 図4は、引上げ速度変動幅 ΔV の最高値が0.033mm/minとなるように、引上げ

速度を変動させたときの速度変動プロファイルを示している。

[0072] 図5は、引上げ速度変動幅 ΔV の最高値が0.011mm/minとなるように、引上げ速度を変動させたときの速度変動プロファイルを示している。

[0073] 図6(a)は、図4の実験結果の結果得られた単結晶シリコンインゴット6の各部のうち、引上げ速度変動幅 ΔV が0.033mm/minのときのシリコンインゴット部位から切り出されたシリコンウェーハについて、その縦断面における成長縞をX線トポグラフ法で計測した結果を示す。

[0074] 図6(a)からわかるように、引上げ速度変動幅 ΔV が0.033mm/minのときのシリコンウェーハについては、そのウェーハ縦断面での成長縞の間隔は、不均一であり、かつ成長縞が濃く、「不純物濃度ムラ有り」という評価となる。

[0075] 図6(b)からわかるように、引上げ速度変動幅 ΔV が0.011mm/minのときのシリコンウェーハについては、そのウェーハ縦断面での成長縞の間隔は、等間隔(均一)であり、かつ成長縞は緻密で薄く、「不純物濃度ムラ無し」という評価となる。

[0076] 以上のように、単結晶シリコン6を引き上げる過程で、引き上げ速度の変動を抑制することで、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを小さくすることができた。

[0077] そして、特に、図3に示すように、引き上げ速度の10秒間の速度変動幅 ΔV を0.025mm./min未満に調整すれば、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを無くすことができた(図3参照)。たとえば、図6(b)のように観察されたシリコンウェーハの表面(速度変動幅 ΔV が0.011mm/minで、0.025mm/min未満)を、研磨工程、あるいはエッチング工程で加工を施し、平坦度を計測したところ、極めて高い平坦度が得られ、このシリコンウェーハを用いて半導体デバイスを作成したところ、極めて歩留まりの高い製品が得られた。

[0078] 上述した実施形態では、不純物としてボロンBを添加する場合について説明した。しかし、ボロンB以外の不純物として、ガリウムGa、リンP、アンチモンSb、砒素Asを添加する場合でも、ボロンBを添加する場合と同等の効果が得られる。

[0079] 本発明者は、融液5に印加される磁場が、引上げ速度変動に及ぼす影響についても検討した。

[0080] すなわち、図2に示すように、単結晶シリコン6の直径が所望の直径となるように引

上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液5に1500ガウス以上の強度の磁場を印加することが、引上げ速度の変動の更なる抑制に有効であるという結論を得た。

[0081] まず、1500ガウス以上の強度としたのは、仮に磁場強度が1000から1500(Gauss)では、融液5で温度変動が激しくなる不安定な部位が出現し、結晶の直径変動が生じるという不具合が生じるおそれがあり、また仮に1000(Gauss)以下では、対流抑制効果が小さいため、結晶直径の制御性が劣るからである。そして、磁場が1500ガウス以上印加されることで、融液5の対流が抑制され、これにより融液5の温度変動、特に成長界面(固液界面)での温度変動が抑制され、図2に示す制御時に引上げ速度の増減量が小さくなり、引上げ速度の変動を抑制することができた。

[0082] たとえば石英るつぼ3に300kgの多結晶シリコンをチャージして直径300mmの単結晶シリコン6を引き上げる場合には、1500(Gauss)以上の磁場を融液5に印加することが、引上げ速度の変動を抑制する上で有効であった。また、石英るつぼ3に130kgの多結晶シリコンをチャージして直径200mmの単結晶シリコン6を引き上げる場合には、2000(Gauss)以上の磁場を融液5に印加することが、引上げ速度の変動を抑制する上で有効であった。

[0083] また図2に示す制御を行うに際して、PID制御、PI制御等を行う場合には、比例定数、微分定数、積分定数を調整して、融液5の温度変動に対する応答性を弱くして、引上げ速度変動を抑制することもできる。

[0084] 以上のように、本実施例によれば、単結晶シリコン6を引き上げる過程で、引上げ速度の変動を抑制して、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを小さくしたので、シリコンウェーハ面内での硬さのムラは小さくなり、研磨あるいはエッチング加工を施した場合、濃度ムラによる微小な凹凸は発生しなくなり(少なくなり)、加工後の平坦度が従来よりも向上する。

[0085] つぎに、単結晶シリコン6に添加される不純物濃度の大きさについて、検討する。

[0086] 不純物濃度ムラが平坦度に影響を及ぼすのは、不純物が結晶硬化効果を得る程度の高濃度に添加されているからであると考えられる。

[0087] このため、不純物がボロンB、ガリウムGaの場合には、 $8.0 \times 10^{17} \text{atoms/cc}$ 以上の高濃度を添加すると、本発明の効果が特に高められる。

- [0088] また、不純物がリンP、アンチモンSb、砒素Asである場合には、 5.0×10^{17} atoms/cc 以上の高濃度を添加すると、本発明の効果が特に高められる。
- [0089] しかし、本発明によれば、不純物濃度の大きさによらずに、引上げ速度の変動を抑制することで、シリコンウェーハの不純物濃度ムラを小さくできるという効果が得られるため、上述した高濃度に限定されることなく、実施することができる。
- [0090] なお、本実施形態では、横磁場を融液5に印加する場合を想定して説明したが、カusp磁場を融液5に印加するように構成してもよい。
- [0091] また、本実施形態で、単結晶シリコン6を引き上げるに際して、ネッキング処理を行ってもよく、ネッキング処理を行わなくてもよい。特に、種結晶14側に、融液5に添加する不純物濃度と同等の濃度で不純物を添加するのであれば、ネッキング処理を行わなくても本発明を適用することができる。
- [0092] また、本実施形態では、石英るつぼ3の側方にシングルヒータ9を設けた単結晶引上げ1で単結晶シリコン6を引き上げる場合について説明したが、もちろんマルチヒータ、つまり石英るつぼ3の側方の上下方向に沿って複数のサイドヒータを設けた構成あるいは石英るつぼ3の側方にサイドヒータを、そして石英るつぼ3の底部にボトムヒータをそれぞれ設けた構成の単結晶引上げ装置で単結晶シリコンを引き上げる場合にも適用することができる。

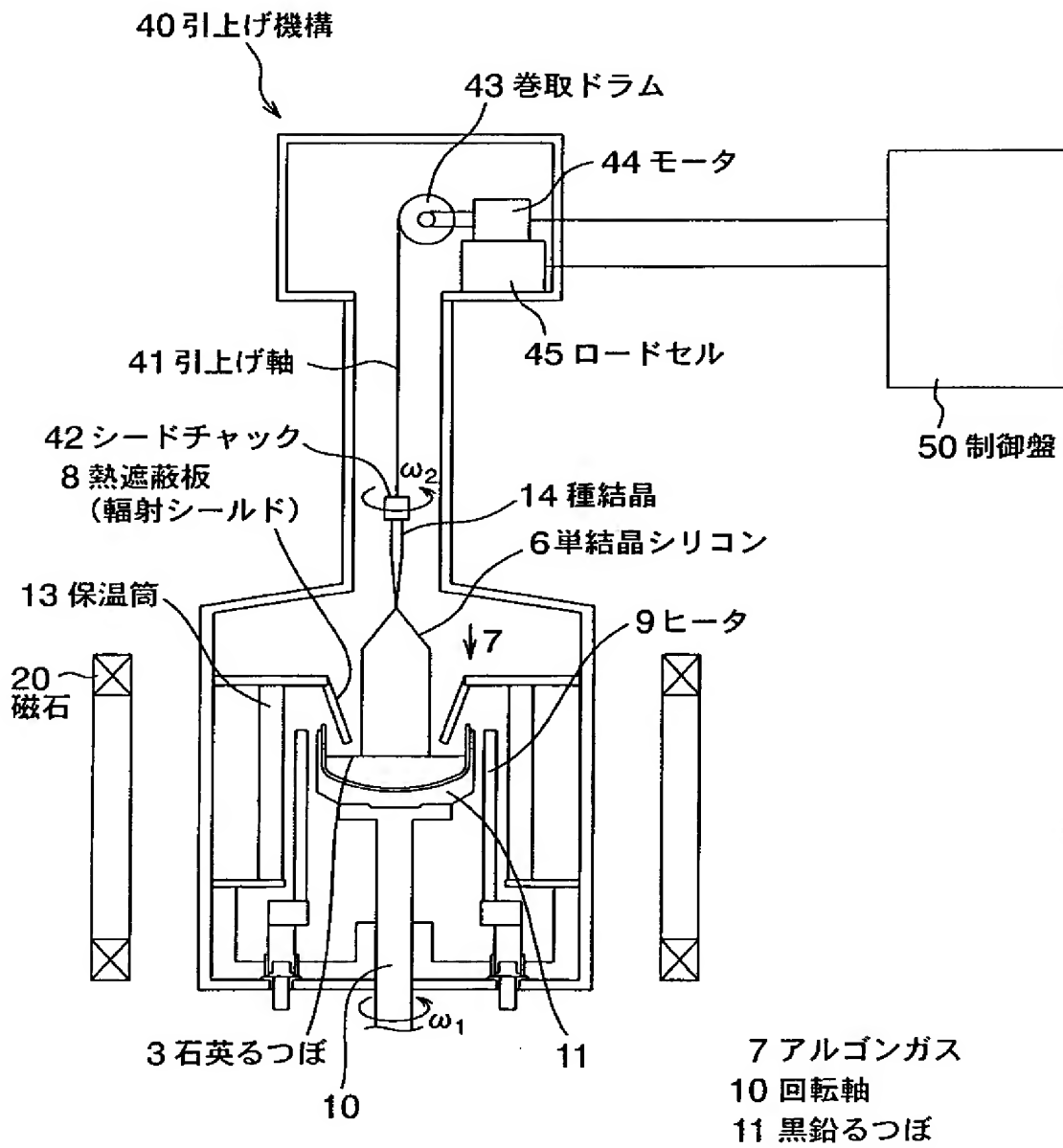
産業上の利用可能性

- [0093] 本発明は、ガリウム砒素などのシリコン以外の単結晶半導体の引上げにも適用することが可能である。

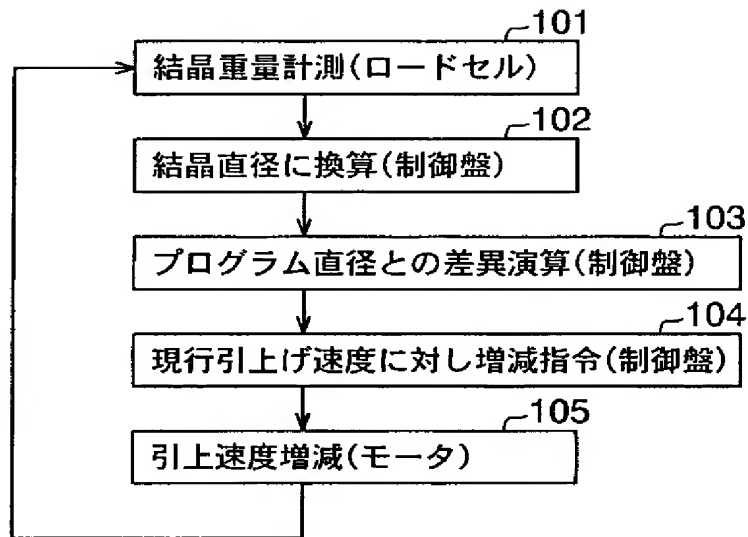
請求の範囲

- [1] 種結晶をるつぼ内の融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより、不純物が添加された単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、
単結晶半導体を引き上げる過程で、引上げ速度の変動を抑制することにより、単結晶半導体内の不純物の濃度ムラを小さくすること
を特徴とする単結晶半導体の製造方法。
- [2] 種結晶をるつぼ内の融液に着液させ、前記種結晶を引き上げることにより、不純物が添加された単結晶半導体を製造する単結晶半導体の製造方法において、
単結晶半導体を引き上げる過程で、引上げ速度の10秒間の速度変動幅を0.025 mm/min未満に調整すること
を特徴とする単結晶半導体の製造方法。
- [3] 単結晶半導体の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液に1500ガウス以上の強度の磁場を印加すること
を特徴とする請求項1記載の単結晶半導体の製造方法。
- [4] 単結晶半導体の直径が所望の直径となるように引上げ速度を調整する制御を行うに際して、融液に1500ガウス以上の強度の磁場を印加すること
を特徴とする請求項2記載の単結晶半導体の製造方法。
- [5] 単結晶半導体に添加される不純物は、ボロンBまたはガリウムGaであり、不純物濃度は、 8.0×10^{17} atoms/cc以上であること
を特徴とする請求項1〜4に記載の単結晶半導体の製造方法。
- [6] 単結晶半導体に添加される不純物は、リンPまたはアンチモンSbまたは砒素Asであり、不純物濃度は、 5.0×10^{17} atoms/cc以上であること
を特徴とする請求項1〜4に記載の単結晶半導体の製造方法。

[図1]



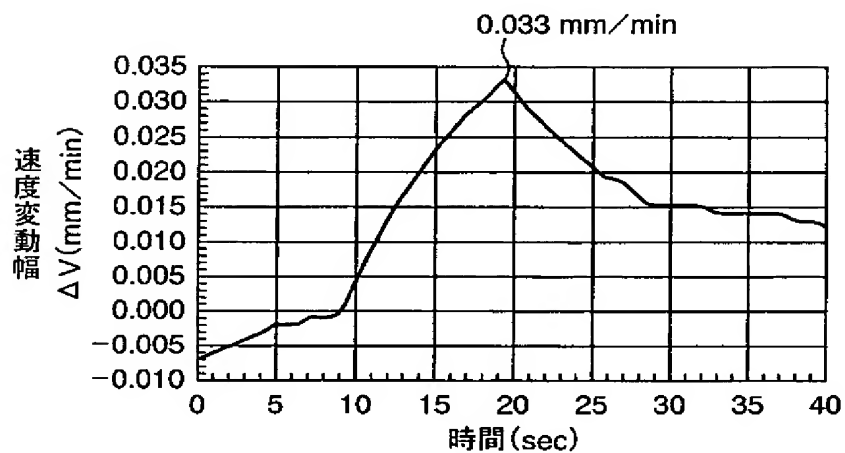
[図2]



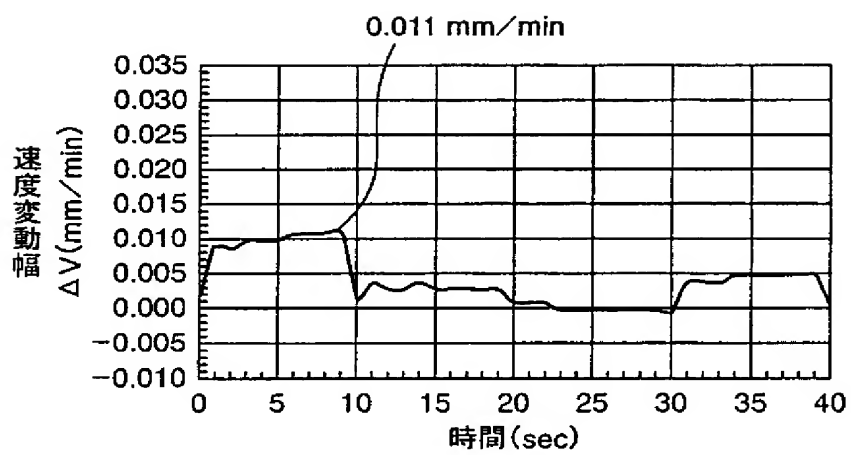
[図3]

| 10秒間の速度変動幅 ΔV (mm/min) | 不純物濃度ムラ (ストリエーション) |
|-----------------------------------|-----------------------|
| 0.011 | 無し |
| 0.015 | 無し |
| 0.020 | 無し |
| 0.025 | 有り |
| 0.030 | 有り |
| 0.033 | 有り |

[図4]

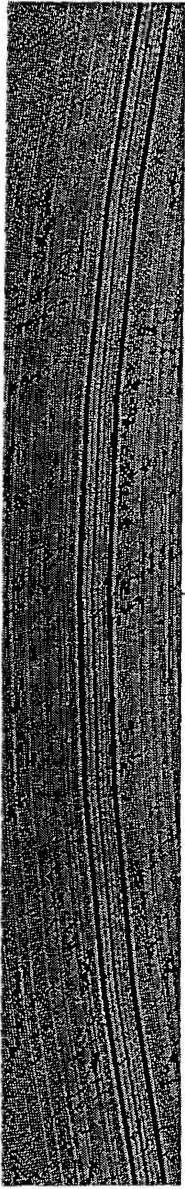


[図5]

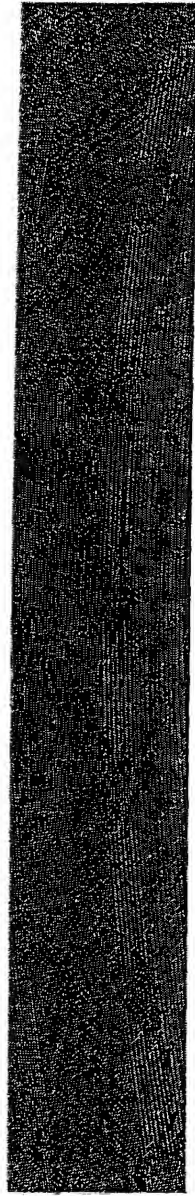


[図6]

結晶断面X線写真



(a) 成長縞の間隔が不均一かつ成長縞が濃い。



(b) 成長縞の間隔が等間隔で緻密かつ薄い。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/002628

| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl. ⁷ C30B15/20 | | | | | | | | | | |
|--|--|---|--|--|----------------------------|-----------|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC | | | | | | | | | | |
| B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl. ⁷ C30B15/20 | | | | | | | | | | |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched <table border="0"> <tr> <td>Jitsuyo Shinan Koho</td> <td>1926-1996</td> <td>Toroku Jitsuyo Shinan Koho</td> <td>1994-2005</td> </tr> <tr> <td>Kokai Jitsuyo Shinan Koho</td> <td>1971-2005</td> <td>Jitsuyo Shinan Toroku Koho</td> <td>1996-2005</td> </tr> </table> | | | Jitsuyo Shinan Koho | 1926-1996 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2005 | Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2005 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2005 |
| Jitsuyo Shinan Koho | 1926-1996 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2005 | | | | | | | |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2005 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2005 | | | | | | | |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) WPI | | | | | | | | | | |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | | | | | | | | | |
| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. | | | | | | | | |
| X Y | JP 9-2893 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 07 January, 1997 (07.01.97), Claims; Par. No. [0064] & US 6113686 A & EP 0826796 A1 & WO 96/033301 A1 | 1, 2 3-6 | | | | | | | | |
| X Y | JP 4-108686 A (The Furukawa Electric Co., Ltd.), 09 April, 1992 (09.04.92), Claims; page 2, lower right column, line 7 to page 3, upper right column, line 7 & US 5379717 A & EP 0476389 A3 | 1, 2 3-6 | | | | | | | | |
| <input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex. | | | | | | | | | | |
| <table border="0"> <tr> <td> * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed </td> <td> "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family </td> </tr> </table> | | | * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | | | | | | |
| * Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family | | | | | | | | | |
| Date of the actual completion of the international search 09 May, 2005 (09.05.05) | | Date of mailing of the international search report 24 May, 2005 (24.05.05) | | | | | | | | |
| Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office | | Authorized officer | | | | | | | | |
| Facsimile No. | | Telephone No. | | | | | | | | |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/002628

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X Y | JP 1-192795 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 02 August, 1989 (02.08.89), Claims; page 2, upper right column, line 13 to page 3, upper right column, line 1 (Family: none) | 1,2 3-6 |
| Y | JP 2000-247788 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 12 September, 2000 (12.09.00), Claims; Par. Nos. [0014] to [0025]; Fig. 3 lower left column, line 1 & EP 1076120 A1 & WO 2000/052235 A1 | 3-6 |
| Y | JP 61-222985 A (Toshiba Corp.), 03 October, 1986 (03.10.86), Page 2, upper left column, line 9 to upper right column, line 2 (Family: none) | 3-6 |
| Y | JP 2003-246695 A (Wacker Siltronic AG.), 02 September, 2003 (02.09.03), Claims; Par. No. [0008] & US 2003-0154906 A1 | 5,6 |

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C30B15/20

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C30B15/20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996
 日本国公開実用新案公報 1971-2005
 日本国登録実用新案公報 1994-2005
 日本国実用新案登録公報 1996-2005

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| X Y | JP 9-2893 A(信越半導体株式会社), 1997.01.07, 特許請求の範囲, 段落【0064】 & US 6113686 A & EP 0826796 A1 & WO 96/033301 A1 | 1, 2 3-6 |
| X Y | JP 4-108686 A(古河電気工業株式会社), 1992.04.09, 特許請求の 範囲, 第2頁右下欄第7行-第3頁右上欄第7行 & US 5379717 A & EP 0476389 A3 | 1, 2 3-6 |
| X Y | JP 1-192795 A(東芝セラミックス株式会社), 1989.08.02, 特許請 求の範囲, 第2頁右上欄第13行-第3頁右上欄第1行(ファミリーなし) | 1, 2 3-6 |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

09.05.2005

国際調査報告の発送日

24.05.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

新居田 知生

4G

8618

電話番号 03-3581-1101 内線 3464

| C (続き) . 関連すると認められる文献 | | |
|-----------------------|--|------------------|
| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
| Y | JP 2000-247788 A(信越半導体株式会社), 2000. 09. 12, 特許請求の範囲, 段落【0014】 - 【0025】, 【図3】左下欄第1行& EP 1076120 A1 & WO 2000/052235 A1 | 3-6 |
| Y | JP 61-222985 A(株式会社東芝), 1986. 10. 03, 第2頁左上欄第9行-右上欄第2行(ファミリーなし) | 3-6 |
| Y | JP 2003-246695 A(ワッカー ジェルトロニック アクチエンゲゼルシャフト), 2003. 09. 02, 特許請求の範囲, 段落【0008】 & US 2003-0154906 A1 | 5, 6 |